

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

①2 Patentschrift  
①1 DE 3731317 C2

⑤1 Int. Cl. 5:  
G01N 11/14

②1 Aktenzeichen: P 37 31 317.7-52  
②2 Anmeldetag: 17. 9. 87  
④3 Offenlegungstag: 31. 3. 88  
④5 Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 7. 3. 91

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1  
29.09.85 AT 2590/86

⑦3 Patentinhaber:  
Vianova Kunstharz AG, Graz, AT

⑦4 Vertreter:  
Berendt, T., Dipl.-Chem. Dr.; Leyh, H., Dipl.-Ing.  
Dr.-Ing.; Hering, H., Dipl.-Ing., Pat.-Anwälte, 8000  
München

⑦2 Erfinder:  
Ladstädter, Elmar, Dr.; Geßner, Werner, Ing., Graz,  
AT

⑤6 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht gezogene Druckschriften:

DE-OS 21 49 720  
US 35 35 914  
EP 00 43 892 A1

⑤4 Platte-Kegel-Viskosimeter mit viskositätsabhängiger Scherratenregelung

DE 3731317 C2

DE 3731317 C2



## Beschreibung

Bei üblichen Platte-Kegel-Viskosimetern wird unter Berücksichtigung verschiedener Gerätekosten bzw. Eichfaktoren die dynamische Viskosität ermittelt. Dies kann mit verschiedenen Kegelwinkeln bzw. -durchmessern und Drehzahlen geschehen. Bei nicht (streng) newton'schem Fließverhalten der Proben können somit verschiedene Meßwerte an derselben Probe gefunden werden. Solche Geräte eignen sich für anspruchsvolle Meßaufgaben, aber nicht für laufende Routinemessungen in einer Produktion, bei welcher Proben mit sehr unterschiedlicher Viskosität zu messen sind.

Rotations-Viskosimeter nach dem Kegel-Platte-Prinzip, kombiniert mit einer Einrichtung zum Messen der Normalkraft, werden zum Beispiel in der EP-A1-00 43 892, in der DE-OS 21 49 720 und in der US-PS 35 35 914 beschrieben.

Platte-Kegel-Viskosimeter haben bei einer Drehzeileinstellung und ohne Wechsel der Kegelgeometrie typisch eine Meßdynamik von 1 : 3, wenn der Meßfehler unter  $\pm 1\%$  bleiben soll.

In der Produktionsüberwachung, wie sie beispielsweise bei der Herstellung von Alkyd- oder Polyesterharzen erfolgt, müssen aber Viskositätsbereiche von mindestens 1 : 10 bis 1 : 20 reproduzierbar und schnell erfaßt werden. Durch händische Bereichsumschaltungen ("probieren") erzwungene Mehrfachmessungen wären überaus fehleranfällig: Die Verdunstung flüchtiger Lösungsmittelanteile erzwingt kurze Meßzeiten und möglichst kleine Oberflächen gegen Luft. Bei üblichen Viskosimetern besteht überdies die Gefahr von Irrtümern, wenn mit zahlreichen Umrechnungsfaktoren gerechnet werden muß.

Vielfach sind daher die einfach handzuhabenden Auslaufbecher nach DIN 53 211 in Verwendung, die zwar einen nutzbaren Viskositätsmeßbereich von 1 : 10 aufweisen, aber wegen der großen Probenmenge (100 cm<sup>3</sup>) lange Temperierzeiten (ca. 20 min) benötigen sowie u. a. durch eingeführte Luftblasen weitere Meßungenauigkeiten ergeben.

Es besteht daher die Tendenz, die Produktionskontrolle auf andere Methoden umzustellen. Aus Gründen der Vergleichbarkeit müßten bei einem solchen Wechsel die gleichen viskositätsabhängigen Scherraten eingehalten werden.

Es wurde nun gefunden, daß durch eine geeignete Adaptierung handelsüblicher Platte-Kegel-Viskosimeter die serienmäßige Messung der dynamischen Viskosität im Produktionsbetrieb ohne die üblicherweise komplizierte Bedienung und Auswertung ermöglicht wird.

Die Erfindung betrifft demgemäß ein Platte-Kegel-Viskosimeter mit viskositätsabhängiger Scherratenregelung zur einfachen serienmäßigen Viskositätsmessung, bestehend aus einem Meßkopf, welcher einen auswechselbaren Meßkegel, einen Antriebsmotor mit Tachogenerator und eine Drehmomentmeßeinrichtung enthält, sowie einen gegebenenfalls seitlich ausschwenkbaren, temperierbaren und mit einer Mikrometerspindel einstellbaren Tisch mit einer damit verbundenen Platte, dadurch gekennzeichnet, daß die Platte (1) mit dem Tisch (5) über eine motorisch angetriebene Mikrometerspindel (10) und eine Ablaufsteuerung (6) bei jeder Messung in die optimale Position zum Meßkegel (3) gebracht wird, so daß zwischen der Platte (1) und dem Meßkegel (3) eine kraftfreie Berührung erfolgt, und weiters bei der Messung der Antriebsmotor (4) für den

Meßkegel (3) durch das Ausgangssignal eines in einen Regelkreis eingefügten Analogrechners (7), welcher die elektrischen Signale für Drehmoment ( $u_M$ ) und Drehzahl ( $u_N$ ) kontinuierlich und gewichtet miteinander nach der Beziehung

$$u_N \cdot k_N + u_M \cdot k_M - u_R \cdot k_V = 0$$

verknüpft, angesteuert wird, wobei  $u_M$  eine dem Drehmoment proportionale,  $u_N$  eine der Drehzahl proportionale Spannung und  $u_R$  eine zeitlich konstante, von den anderen Spannungen nicht beeinflussbare Referenzspannung darstellt, die Spannungen vorzugsweise im Bereich von  $\pm 15$  V sind, und die die Gewichtung bestimmenden Koeffizienten  $k_M$ ,  $k_N$  und  $k_V$  Werte von 0,01 bis 20, insbesondere für  $k_M$  von 0,5 bis 1,2, für  $k_N$  von 0,1 bis 0,3 und für  $k_V$  von 0,7 bis 1,5, aufweisen.

Während in der EP-A1-00 43 892 ein Verfahren zur Messung der Normalkraft beansprucht wird, beschreibt die vorliegende Patentanmeldung ein Platte-Kegel-Viskosimeter, bei dem die Scherrate in Abhängigkeit von der Viskosität der zu messenden Substanz geregelt wird. Diese Abhängigkeit von der Viskosität wird in besonders vorteilhafter Weise durch die beanspruchte Verknüpfung von Drehmoment und Drehzahl erreicht.

Gegenüber der üblichen Viskositätsbestimmung durch Messung der Auslaufzeit mit dem Auslaufbecher (z. B. gemäß DIN 53 211) wird eine deutliche Verkürzung der Temperier- und Meßzeit, eine höhere Genauigkeit, eine Verringerung der Probenmenge auf 1/100 und eine Erweiterung des Meßbereiches erzielt.

Die Fig. 1 bis 5 zeigen folgende Sachverhalte:

Fig. 1 gibt eine schematische Übersicht über das Aufbauprinzip des beanspruchten Gerätes. Die Kennzahlen haben dabei folgende Bedeutung:

- (1) Meßplatte
- (2) Meßkopf
- (3) Meßkegel
- (4) Antriebsmotor mit Tachogenerator und Drehmomentmeßeinrichtung
- (5) Probentisch mit Platte (1), temperierbar und seitlich ausschwenkbar
- (6) Positions- und Ablaufsteuerung
- (7) Analogrechner zur kontinuierlichen Scherratenregelung
- (8) Anzeigergeräte für die Tischtemperatur ( $^{\circ}\text{C}$ ) und den Meßwert für die dynamische Viskosität
- (9) Versorgungsteil für die Antriebsaggregate
- (10) motorisch angetriebene Mikrometerspindel für die Platte (1)
- (11) Stromversorgung

Fig. 2 zeigt schematisch den Analogrechner, welcher die Signale des Meßkopfes für Drehmoment und Drehzahl kontinuierlich und gewichtet miteinander verknüpft und den Motor derartig ansteuert, daß sich eine wie in der Fig. 3 dargestellte Übertragungsfunktion ergibt, welche sich in drei Abschnitte teilen läßt:

Für Viskositäten bis etwa 100 mPa  $\cdot$  s ist die Scherratenregelung außerhalb ihres Arbeitsbereiches und somit unwirksam (Drehzahl ist konstant und hoch).

Für Viskositäten von 100 bis etwa 2000 mPa  $\cdot$  s ist der Scherratenregler in seinem Arbeitsbereich und die Drehzeileinstellung erfolgt nach der Gleichung

$$u_N \cdot k_N + u_M \cdot k_M - u_R \cdot k_V = 0.$$

Dieser Abschnitt entspricht etwa dem zulässigen Meßbereich des DIN-Bechers.

Bei Viskositäten größer als 2000 mPa · s verläßt man wieder den Arbeitsbereich des Scherratenreglers und die Drehzahl ist viskositätsunabhängig (konstant) und niedrig.

Die Ermittlung des genauen Meßwertes der Viskosität erfolgt durch die direkte Verknüpfung der Meßwerte  $u_M$  und  $u_N$  in dem Meßgerät (8) (siehe Fig. 2).

In dieser Gleichung entspricht  $u_N$  die der Drehzahl des Kegels bzw.  $u_M$  die dem Drehmoment proportionale Spannung und  $u_R$  ist die von  $u_M$ ,  $u_N$  und der Versorgungsspannung unabhängige, zeitlich konstante Referenzspannung. Die die Gewichtung bestimmenden Koeffizienten sind  $k_M$  für das Drehmoment,  $k_N$  für die Drehzahl und  $k_V$  für die Verstärkung.

Durch geeignete Dimensionierung der Komponenten und Wahl der Koeffizienten dieses Analogrechners kann z. B. die Abhängigkeit der mittleren Scherrate von der Viskosität wie bei der Auslaufzeitmessung nach DIN 53 211 nachgebildet werden (s. Fig. 4), wodurch unmittelbar vergleichbare Werte erhalten werden.

Die in Fig. 2 verwendeten Bezugsnummern und Zeichen haben folgende Bedeutung:

- 4 Antriebsmotor mit Tachogenerator und Drehmomentmeßeinrichtung
- 12 Meßfeder
- 13 Berührungslose Wegmessung
- $k_M$  Koeffizient für das Drehmoment
- $k_N$  Koeffizient für die Drehzahl
- $k_V$  Koeffizient für die Verstärkung
- P Potentiometer zur Einstellung der Mindestdrehzahl
- Z Zenerdiode zur Begrenzung der maximalen Drehzahl
- $u_M$  Drehmomentproportionale Spannung
- $u_N$  Drehzahlproportionale Spannung
- $u_R$  Referenzspannung

Fig. 3 zeigt beispielhaft eine Übertragungsfunktion, wie sie sich durch den Einsatz des Analogrechners (7) bei der kontinuierlichen Scherratenregelung ergibt, wobei sich der nutzbare Meßbereich von etwa 50 bis 10 000 mPa · s erstreckt.

Fig. 4 zeigt im Vergleich die gute Anpassung der Scherraten beim erfindungsgemäßen Gerät (PKV-AB: Platte-Kegel-Viskosimeter für automatisierten Betrieb) an die beim DIN-Becher auftretenden Werte. Die Zeichnung zeigt weiters den zulässigen Meßbereich für die beiden Methoden.

Fig. 5 zeigt die zeitliche Abfolge bei der automatischen Tischpositionierung in Abhängigkeit vom Signal, das den Kontakt von Platte und Kegel anzeigt, wobei "EIN" Platte berührt Kegel (bzw. "AUS" das Gegenteil) bedeutet.

Da Platte-Kegel-Viskosimeter grundsätzlich nur dann richtig funktionieren, wenn der Kegel die Platte gerade berührt, ist der Einstellung des Tisches (= Platte) größte Aufmerksamkeit zu schenken. Drückt die Kegelspitze auf den Tisch, entsteht ein zusätzliches Reibmoment, welches die Messung verfälscht und den Kegel durch Abnutzung unbrauchbar macht. Befindet sich ein Spalt zwischen der Kegelspitze und dem Tisch, zeigt das Viskosimeter zu wenig an, wobei je nach Kegelgeometrie schon Abstände von wenigen Mikrometern Meßfehler von mehreren Prozent bewirken.

Beim vorgeschlagenen Gerät wird daher eine motorisch angetriebene Mikrometerspindel (10) für die Tischbewegung benützt, welche im Zusammenspiel mit

der Ablaufsteuerung (6) bei jeder Probe neu den optimalen Meßpunkt aufsucht. Dieser ist erreicht, wenn die Platte den Kegel kraftfrei berührt.

Die Signalisierung, ob die Platte den Kegel berührt, erfolgt mittels Wechselfspannung im Tonfrequenzbereich, um Polarisations- bzw. Zersetzungseffekte der Probe zu verhindern.

Der Probestisch (5) ist von Thermostatflüssigkeit durchströmt und mittels Justierschrauben genau senkrecht auf die Kegelachse eingestellt. Weiters kann der gesamte Tisch für die problemlose Reinigung von Platte und Kegel seitlich aus der Probenachse herausgeschwenkt werden.

Die Positions- und Ablaufsteuerung (6) steuert und überwacht alle Abläufe bei der Positionierung des Probestisches sowie bei der Messung und Kalibrierung des Gerätes. Wie die Bezeichnung "Pause" in Fig. 5 zeigt, wird bei der Positionierung des Probestisches das zeitabhängige Fließen hochviskoser Proben beim Annähern der Platte an den Kegel berücksichtigt.

Es handelt sich dabei um eine frei programmierbare Steuerung auf der Basis eines Mikroprozessors, ausgestattet mit langsamen, störsicheren Eingängen bzw. Relaisausgängen.

Für die Produktionsüberwachung bei der Herstellung von Alkydharzen, ungesättigten Polyesterharzen oder Acrylat-Copolymeren, wie sie als Lackbindemittel verwendet werden, kann beispielsweise ein Gerät mit folgenden technischen Daten eingesetzt werden:

- Verwendeter Kegel: Durchmesser: 50 mm
- Winkel (zur Tischebene): 1 Grad
- Maximale Scherrate: ca. 600 s<sup>-1</sup>
- Minimale Scherrate: ca. 25 s<sup>-1</sup>
- Viskositätsmeßbereich (bei obengenanntem Kegel): bei maximaler Genauigkeit: 100–2000 mPa · s
- bei reduzierter Genauigkeit: 50–10 000 mPa · s (Vergleichsweise entspricht eine Auslaufzeit von 25 bis 200 Sekunden beim Auslaufbecher DIN 4/20°C (DIN 53 211) Werten von 100 bis 1000 mPa · s.)
- Auflösung für Viskosität: ± 1 mPa · s
- Wiederholbarkeit: ± 2%
- Zulässiger Nullpunktfehler: 0,15% des max. Drehmoments
- Auflösung für Temperatur: 0,1°C
- Elektr. Kontakt Platte/Kegel: Meßspannung: max. 1,5 V<sub>ss</sub> (ca. 2 kHz)
- Typische Meßzeit: 50 Sekunden (einschließlich Temperierung, ohne Reinigung)
- Erforderliche Probenmenge: 1 ml ± 20%

#### Patentanspruch

Platte-Kegel-Viskosimeter mit viskositätsabhängiger Scherratenregelung zur einfacheren serienmäßigen Viskositätsmessung, bestehend aus einem Meßkopf, welcher einen auswechselbaren Meßkegel, einen Antriebsmotor mit Tachogenerator und eine Drehmomentmeßeinrichtung enthält, sowie einem gegebenenfalls seitlich ausschwenkbaren, temperierbaren und mit einer Mikrometerspindel einstellbaren Tisch (5) mit einer damit verbundenen Platte, dadurch gekennzeichnet, daß die Platte (1) mit dem Tisch (5) über eine motorisch angetriebene Mikrometerspindel (10) und eine Ablaufsteuerung (6) bei jeder Messung in die optimale Position zum Meßkegel (3) gebracht wird, so daß zwischen der Platte (1) und dem Meßkegel (3) eine kraftfreie Be-

rührung erfolgt, und weiters bei der Messung der Antriebsmotor (4) für den Meßkegel (3) durch das Ausgangssignal eines in einen Regelkreis eingefügten Analogrechners (7), welcher die elektrischen Signale für Drehmoment ( $u_M$ ) und Drehzahl ( $u_N$ ) 5 kontinuierlich und gewichtet miteinander nach der Beziehung

$$u_N \cdot k_N + u_M \cdot k_M - u_R \cdot k_V = 0$$

verknüpft, angesteuert wird, wobei  $u_M$  eine dem Drehmoment proportionale,  $u_N$  eine der Drehzahl proportionale Spannung und  $u_R$  eine zeitlich konstante, von den anderen Spannungen nicht beeinflussbare Referenzspannung darstellt, die Spannungen vorzugsweise im Bereich von  $\pm 15$  V sind, und die die Gewichtung bestimmenden Koeffizienten  $k_M$ ,  $k_N$  und  $k_V$  Werte von 0,01 bis 20, insbesondere für  $k_M$  von 0,5 bis 1,2, für  $k_N$  von 0,1 bis 0,3 und für  $k_V$  von 0,7 bis 1,5, aufweisen. 10 15 20

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

25

30

35

40

45

50

55

60

65

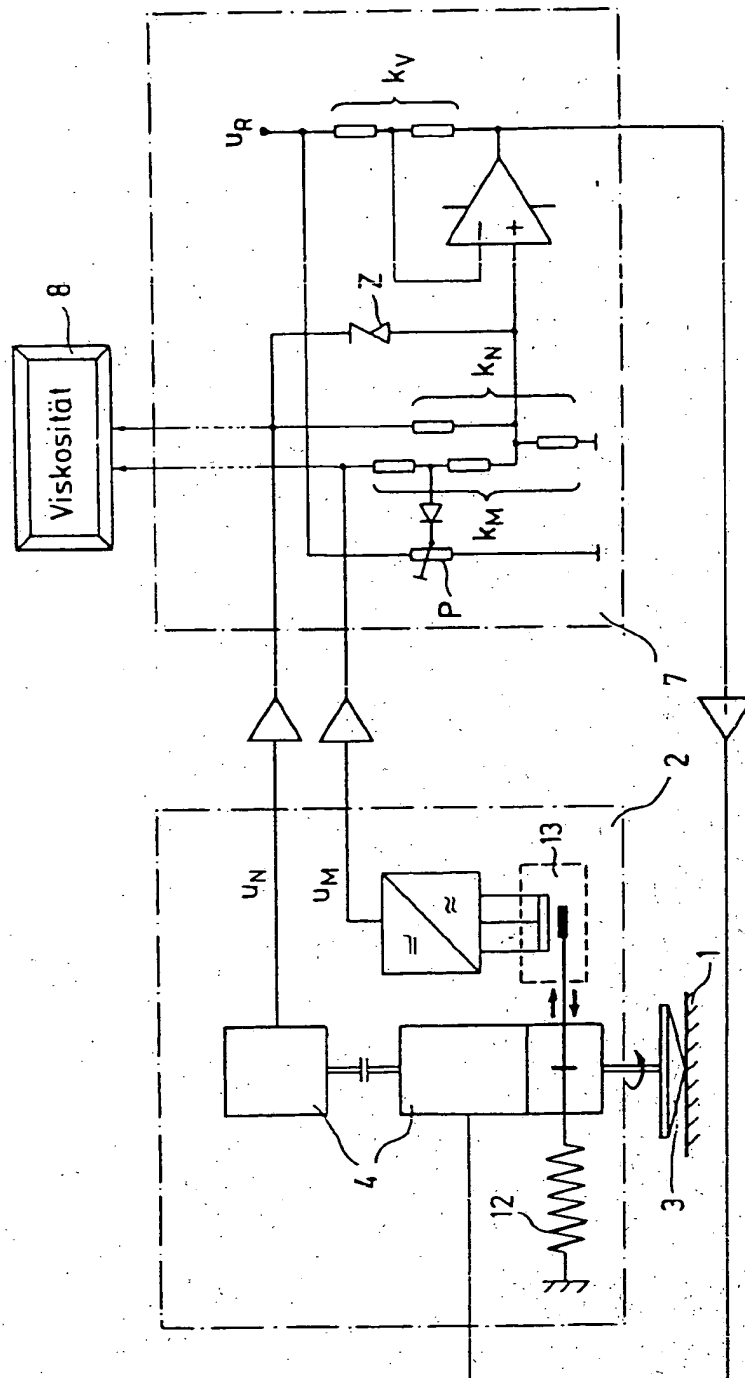


FIG. 2

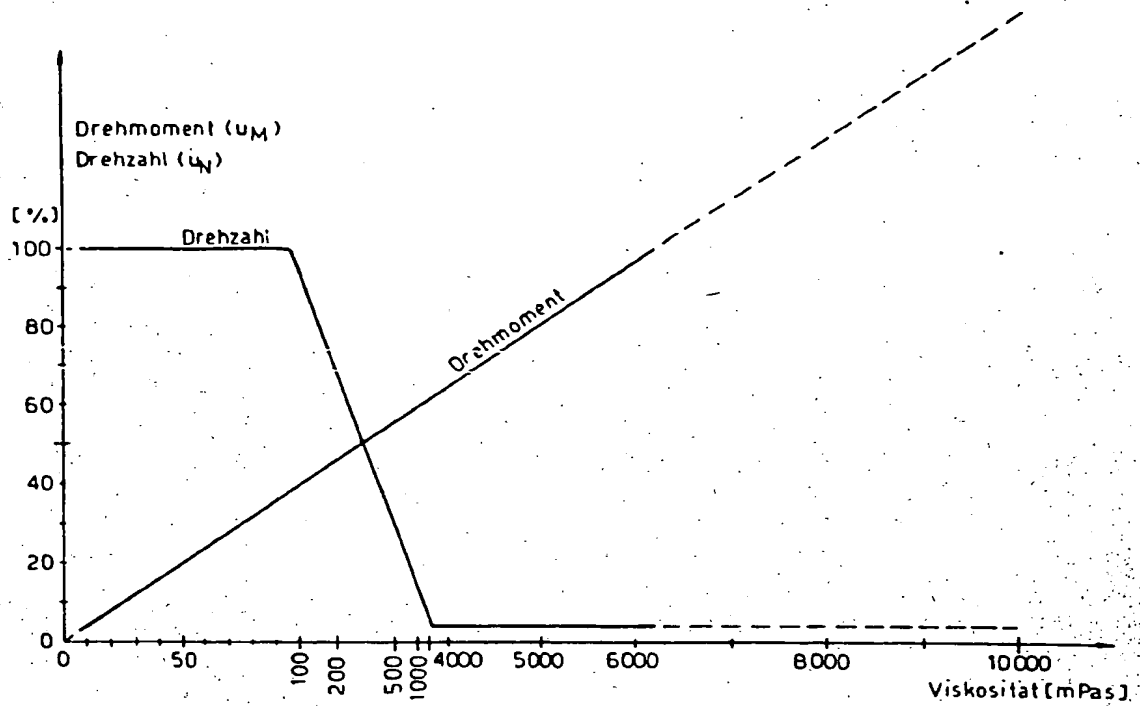


FIG. 3

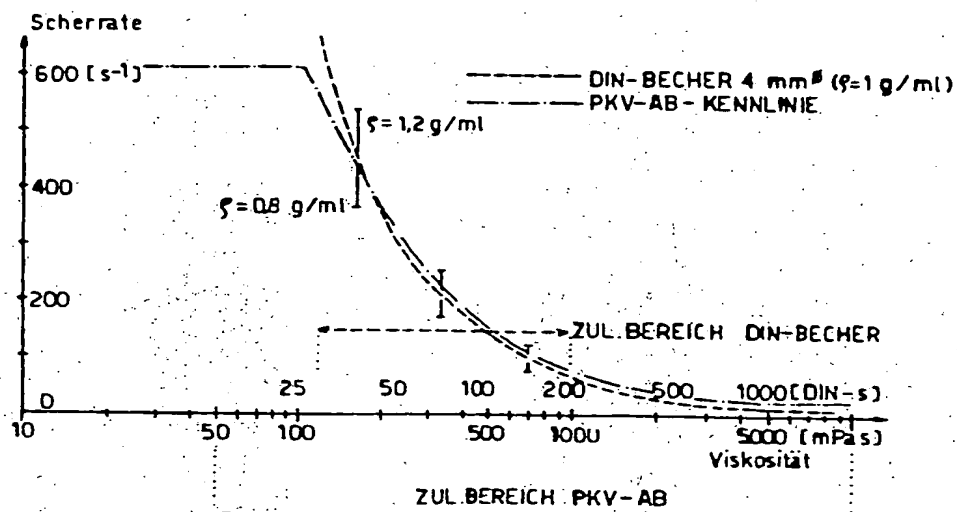


FIG. 4

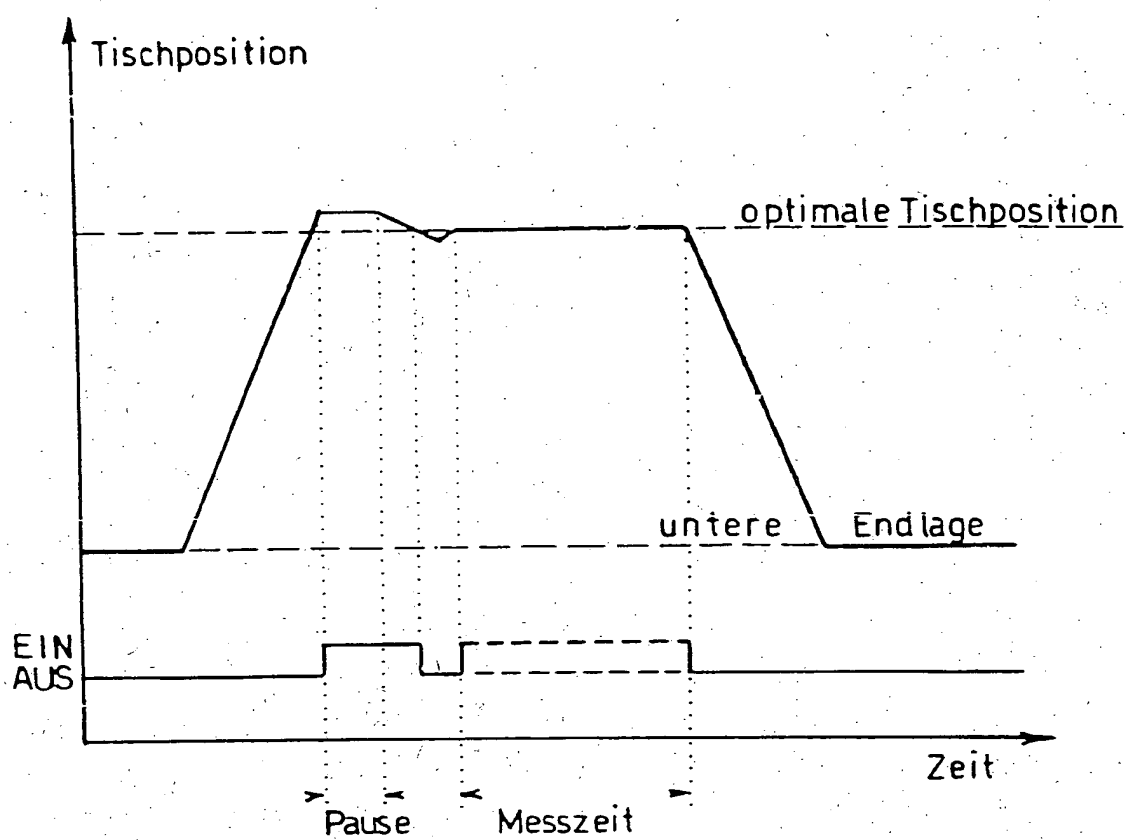


FIG. 5